

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-324017

(43) 公開日 平成7年(1995)12月12日

(51) IntCl.<sup>6</sup>

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

A 6 1 K 7/032

審査請求 有 請求項の数17 F D (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願平7-22254

(22) 出願日 平成7年(1995)1月17日

(31) 優先権主張番号 9 4 0 0 4 2 4

(32) 優先日 1994年1月17日

(33) 優先権主張国 フランス (F R)

(71) 出願人 391023932

ロレアル

LOREAL

フランス国パリ, リュ ロワイヤル 14

(72) 発明者 モージン ナタリー

フランス国, 75010 パリ, ル アリパー

ル 8

(72) 発明者 モンデ ジャン

フランス国, 93700 ドランシィー, ル

ダニエル フェリイ 34

(74) 代理人 弁理士 松井 光夫

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 少なくとも一つのワックスとセルロース誘導体の疑似ラテックスを含むマスカラの形のメイキャップ用化粧品組成物

(57) 【要約】

【目的】 まつげの伸びと曲げを十分に増加し、かつ水で除去し得ると同時に優れた化粧品品質を持つマスカラ組成物を提供する。

【構成】 (a) 水に不溶であり、そしてセルロースエステル、非イオン性セルロースエステル、及びカルボン酸官能性を有する陰イオン性のセルロースエステル (ここで、該カルボン酸官能性は不揮発性の塩基性剤で10～80%の中和量まで中和されている) から選ばれたセルロースから誘導されたフィルム形成性ポリマーの、10～300nmの平均粒径を持つ粒子から構成される疑似ラテックス、及び (b) 60～110℃の融点を持つ少なくとも一つのワックスの混合物を含むマスカラ組成物。

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 (a) 水に不溶であり、そしてセルロースエーテル、非イオン性セルロースエステル、及びカルボン酸官能性を有する陰イオン性のセルロースエステル（ここで、該カルボン酸官能性は不揮発性の塩基性剤で10～80%の中和量まで中和されている）から選ばれたセルロースから誘導されたフィルム形成性ポリマーの、10～300nmの平均粒径を持つ粒子から構成される疑似ラテックス、及び(b) 60～110℃の融点を持つ少なくとも一つのワックスの混合物を含むマスカラ組成物。

【請求項2】 該ワックスが、65～100℃の融点を持つ請求項1記載のマスカラ組成物。

【請求項3】 マスカラ組成物の全重量に対して、0.8～20重量%の疑似ラテックスの乾燥物質及び2～40重量%の少なくとも一つのワックスを含む請求項1記載のマスカラ組成物。

【請求項4】 乾燥物質の重量により表された疑似ラテックスとワックスとの重量比が、0.025～2である請求項1記載のマスカラ組成物。

【請求項5】 該フィルム形成性ポリマーが、2,000～700,000の平均分子量を有する請求項1記載のマスカラ組成物。

【請求項6】 該フィルム形成性ポリマーが、5,000～500,000の平均分子量を有する請求項1記載のマスカラ組成物。

【請求項7】 該フィルム形成性ポリマーが、エチルセルロースから選ばれたセルロースエーテルである請求項1記載のマスカラ組成物。

【請求項8】 該フィルム形成性ポリマーが、セルロースアセテート、セルロースプロピオネート、セルロースブチレート、セルロースアセトプロピオネート及びセルロースアセトブチレートから選ばれた非イオン性セルロースエステルである請求項1記載のマスカラ組成物。

【請求項9】 該フィルム形成性ポリマーが、セルロースアセトフタレート、セルロースアセテートスクシネート、セルロースプロピオネートスクシネート、セルロースブチレートスクシネート、セルロースアセトプロピオネートスクシネート、セルロースアセトブチレートスクシネート、セルロースアセテートトリメリテート、セルロースプロピオネートトリメリテート、セルロースブチレートトリメリテート、セルロースアセトプロピオネートトリメリテート及びセルロースアセトブチレートトリメリテートから選ばれたカルボン酸官能性を有する陰イオン性のセルロースエステルである請求項1記載のマスカラ組成物。

【請求項10】 陰イオン性セルロースエステルのカルボン酸官能性が、ナトリウム、カリウム、2-アミノ-2-メチル-1-プロパノール、トリエタノールアミン、トリイソプロパノールアミン、モノエタノールアミ

2

ン、ジエタノールアミン、トリ〔(2-ヒドロキシ)-1-プロピル〕アミン、2-アミノ-2-メチル-1,3-プロパンジオール及び2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオールから選ばれた不揮発性塩基性剤で中和されているところの請求項9記載のマスカラ組成物。

【請求項11】 該疑似ラテックスがフィルム形成性ポリマーの重量に対して5～90重量%の量の可塑剤を含み、かつ該可塑剤がその分配係数に従って、疑似ラテックスの粒子と水性相の間に分配されているところの請求項1記載のマスカラ組成物。

【請求項12】 該ワックスが、蜜蝋、ラノリンワックス、かいこワックス、米ワックス、カルナバワックス、カンデリラワックス、オリーキュリーワックス、コルクファイバーワックス、さとうきびワックス、木ろう、スマックワックス、モンタンワックス、微結晶ワックス、パラフィン、オゾケライト、ポリエチレンワックス及び水素化油から成る群から選ばれる請求項1記載のマスカラ組成物。

【請求項13】 マスカラ組成物の全重量に対して3～25重量%の量で顔料を更に含む請求項1記載のマスカラ組成物。

【請求項14】 水中油型又は油中水型乳化物又は懸濁物の形態で提供される請求項1記載のマスカラ組成物。

【請求項15】 マスカラ組成物の全重量に対して2～30重量%の少なくとも一つの陰イオン性又は非イオン性の界面活性剤を含む乳化物の形態で提供される請求項14記載のマスカラ組成物。

【請求項16】 軟化剤、防腐剤、金属イオン封鎖剤、香料、増粘剤、油、シリコン、凝集剤、アルカリ化又は酸性化剤、水溶性ポリマー及び装入物から選ばれた少なくとも一つの慣用の添加剤を含む請求項1記載のマスカラ組成物。

【請求項17】 該増粘剤が、メチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、カルボキシメチルセルロース及びそれらの混合物から成る群から選ばれた水溶性セルロース系誘導体であるところの請求項16記載のマスカラ組成物。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、メーキャップ用、主にまつげ用の化粧品組成物に関し、そして少なくとも一つのワックスとセルロースの疑似ラテックス誘導体を組合わせて含むマスカラ組成物が示されている。。

【0002】

【従来の技術】今日、マスカラ組成物を製造するために、ワックスが採用されている。しかし、ワックスはけっして単独では用いられない。何故ならば、そのような組成物を用いたメーキャップは、乾燥の後直ちにヒビ割れた薄膜の形成により示されるところの不均一フィルム

をまっげ上に形成するのがきわめて普通の挙動であるからである。

【0003】改善のために、少なくとも一のワックスと水性相中に溶けて存在するフィルム形成性(filmogen)ポリマーの組合わせ使用が、フランス国特許第83.09997(2,528,699)号公報及び同第84.17661(2,573,305)号公報中に提案された。

【0004】また、シリコーン、ラテックス、及びラテックス及びシリコーンの懸濁剤、及び/又は増粘剤の組合わせを含む毛髪及びまつげのトリートメント組成物が、国際出願公開第92/21316号中に提案された。

【0005】更に、ワックスを含まないマスカラ組成物が提案された。即ち、フィルム形成剤としての合成ラテックスを含む水性のマスカラ組成物が、特開昭57-62216号公報中に述べられた。

【0006】もしこれらの組成物が、メーキャップ製品の品質の或る改善を許すなら、しかし、それらは、まつげの満足すべき伸びを与えず、そして更に水で取除くことが困難である。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記問題のないマスカラ組成物を提供する。

【0008】

【課題を解決するための手段】少なくとも一のワックスと、特にセルロースから誘導されたポリマー粒子を含む疑似ラテックスの組合わせは、驚くべきかつ予期せぬ様式で、まつげの伸びと曲げを十分に増加し、かつ水で除去し得ると同時に優れた化粧品品質を持つところのマスカラ組成物を提供することが、今確認された。

【0009】表現「疑似ラテックス」は、適切な水性相中にポリマーを分散することにより得られる、ポリマーの一般に球状の粒子から構成される懸濁液を示すことが想起される。

【0010】表現「疑似ラテックス」は、適切な水性相中で一又はいくつかのモノマーを重合することにより直接得られるポリマーの粒子から構成される同じく懸濁液であるところの表現「ラテックス」又は「合成ラテックス」と混同してはならない。更に正確には、本発明は、

(a) 水に不溶であり、そしてセルロースエーテル、非イオン性セルロースエステル、及びカルボン酸官能性を有する陰イオン性のセルロースエステル(ここで、該カルボン酸官能性は不揮発性の塩基性剤で10~80%の中和量まで中和されている)から選ばれたセルロースから誘導されたフィルム形成性ポリマーの、10~300nmの平均粒径を持つ粒子から構成される疑似ラテックス、及び(b)60~110℃、そして好ましくは65~100℃の融点を持つ少なくとも一つのワックスの混合物を含むマスカラ組成物に関する。

【0011】本発明によれば、マスカラ組成物は、混合物中に疑似ラテックスの乾燥物質の0.8~20重量%、そして好ましくは1~10重量%、及び少なくとも一つのワックスの2~40重量%を含み、ここでこれらのパーセントは、マスカラ組成物の全重量に対して表されている。

【0012】本発明によれば、乾燥物質の重量により表された疑似ラテックスとワックスとの重量比は、好ましくは0.025~2、そしてとりわけ0.5~1である。

【0013】疑似ラテックス粒子の平均径は、10~300nm、好ましくは250nm以下である。

【0014】粒子径における多分散性は、比較的弱く、そして準弾性光散乱(quasi-elastic light diffusion)で測定して、通常0.05~0.40であり、そして好ましくは0.35より低い。

【0015】疑似ラテックスにおける粒子の形状にあるフィルム形成性ポリマーの重量濃度は、疑似ラテックスの全重量に対して通常5~50重量%、そして好ましくは10~25重量%である。

【0016】上記で定義したような水不溶性セルロースから誘導されたフィルム形成性ポリマーは、例えば立体排除クロマトグラフィーにより測定して、好ましくは2,000~700,000、そしてとりわけ5,000~500,000の平均分子量を持っている。

【0017】本発明に従う水に不溶で、かつフィルム形成性ポリマーとして有用なセルロースエーテルの内、エチルセルロース、そしてとりわけダウケミカルにより商標「エトセル(Ethocel)」として販売されているものが、主に挙げられ得る。

【0018】本発明に従う水に不溶で、かつフィルム形成性ポリマーとして有用な非イオン性セルロースエステルの内、セルロースアセテート、セルロースプロピオネート、セルロースブチレート、セルロースアセトプロピオネート及びセルロースアセトブチレートが、主に挙げられ得る。

【0019】既に述べたフィルム形成性ポリマーに基づく疑似ラテックスは、公知の疑似ラテックス調製法に従い得られる。

【0020】疑似ラテックスの一般的調製法は、水と混和性の又は部分的に混和性の有機溶媒中に水不溶性フィルム形成性ポリマーを溶解すること、そのようにして得た溶液を環境温度と約70℃の間の温度で攪拌下に水と混合すること、及び有機溶媒をその全量が除去されるまで、減圧下で、そして好ましくは軽い加熱下で蒸発することを含む。疑似ラテックス、言い換えれば通常μmより小さい径を持つ粒子の水性懸濁液は、このように得られる。

【0021】用いられる有機溶媒は、水の沸点より低い沸点を示す揮発性溶媒又はそのような溶媒の混合物でな

ければならない。

【0022】上記で定義したような有機溶媒は、アセトン、メチルエチルケトン、テトラヒドロフラン、1, 2-ジクロロエタン、酢酸メチル、酢酸エチル、イソプロパノール及びエタノールから好ましく選ばれる。

【0023】この一般的な方法によれば、界面活性剤、界面活性剤の混合物又は水溶性コロイド保護ポリマーあるいはまた界面活性剤／水溶性コロイド保護ポリマー混合物から選ばれた分散剤が、粒子の安定性を改善する目的で、好ましくは更に使用される。

【0024】本発明において用いられる有用な界面活性剤は、陰イオン性、非イオン性、陽イオン性又は両性タイプであることができる。しかし、好ましくは陰イオン性又は非イオン性タイプの界面活性剤が用いられる。

【0025】それらの内で、ラウリル硫酸ナトリウムを、主に挙げることができる。

【0026】更に、使用される界面活性剤は、有機相に可溶な共安定剤(costabilizer)例えばセチルアルコールと組合わされ得る。

【0027】水溶性コロイド保護ポリマーとして、ポリビニルアルコール、アラビアゴム及びポリオキシエチレン／ポリオキシプロピレン系のポリマーが、主に挙げられ得る。

【0028】水に不溶のセルロースから誘導されたフィルム形成性ポリマーが、カルボン酸官能性を持つ陰イオン性セルロースエステルであるとき、それは次に掲げるもの、即ちセルロースアセトフタレート、セルロースアセテートスクシネート、セルロースプロピオネートスクシネート、セルロースブチレートスクシネート、セルロースアセトプロピオネートスクシネート、セルロースアセトブチレートスクシネート、セルロースアセートトリメリテート、セルロースブチレートトリメリテート、セルロースプロピオネートトリメリテート、セルロースアセトプロピオネートトリメリテート及びセルロースアセトブチレートトリメリテート中から選ばれる。

【0029】カルボン酸官能性を持つ陰イオン性セルロースエステルにより構成される疑似ラテックスは、既に述べたように、一般法に従って、しかしある特殊な条件下で得られる。

【0030】上記で定義したようなカルボン酸官能性を持つ陰イオン性セルロースエステルは、そのまま疑似ラテックスの調製に用いられることはできず、それらの完全な水溶性を避けるように100%より少ない中和量まで中和されなければならない。

【0031】ポリマーの部分的中和により、親水性安定化剤又は界面活性剤、又は再びコロイド保護ポリマーの不存在下で特に安定な疑似ラテックスを得ることができることが確認された。

【0032】加えて、カルボン酸官能性を持つフィルム形成性ポリマーの中和割合は、それらが水に不溶性のま

までであると同時に有機溶剤に可溶であるように完全に決定されなければならない。

【0033】ポリマーが水に不溶性のままであるために、超過しないことが適当であろう、より高い中和限界割合が、カルボン酸官能性を持つ夫々の陰イオン性セルロースエステルの性質によって決まるであろうことは、明らかである。一般的様式において、この中和量は、もしポリマーが2meq/gより小さいカルボン酸官能性を持つなら、通常30~80%、そして好ましくは40~70%であり、そしてポリマーが2meq/gより大きいカルボン酸官能性を持つなら、通常10~50%、そして好ましくは10~40%である。

【0034】本発明によれば、カルボン酸官能性の中和は、例えばナトリウム又はカリウムのような無機塩基中から、あるいは2-アミノ-2-メチル-1-プロパノール(AMP)、トリエタノールアミン、トリイソプロパノールアミン(TIPA)、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリ[(2-ヒドロキシ)-1-プロピル]アミン、2-アミノ-2-メチル-1, 3-プロパンジオール(AMPD)及び2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオールにより構成される群中から選ばれたアミノアルコールから選ばれた不揮発性塩基性剤の助けにより実現される。

【0035】本発明に従う組成物中に用いられる疑似ラテックスの調製において、陰イオン性セルロースエステルのカルボン酸官能性の中和は、不揮発性塩基性化合物の定められた量の添加により、有機溶媒中のポリマーの溶液中で、その場で実現される。

【0036】用いられる有機溶媒は、一般の手順において既に定義されたようなものである。

【0037】有機溶媒中で部分的に中和された陰イオン性セルロースエステルの溶液を得た後、乳化物の調製が、消泡剤の場合によっては含む適当量の水を得られた有機溶液に攪拌しながら注ぎ込むことにより実行される。ここで、消泡剤の役割は、続く有機相の蒸発を留意にするためである。

【0038】上記で定義したような本発明の方法の変形によれば、有機溶媒溶液中のポリマーのカルボン酸官能性の中和は、不揮発性の塩基性化合物の必要量を含む水性溶液を注ぎ込むことによる乳化物の形成中に実現され得る。

【0039】乳化物の形成中、攪拌は、好ましくはモリッツタイプ(Moritz type)、ウルトラ-トラックス(Ultra-Turrax)又はライレリ(Raireri)の、凝集防止羽根(deflocculant blades)を備えた剪断攪拌機を用いて実現される。

【0040】このようにして得られた乳化物は、ポリマーのカルボキシレート基が水との界面に配置され、そして静電気的反発作用による液滴の合体を防止することによって特に安定である。

【0041】乳化物の形成後、有機溶媒の除去が既に述べたように部分的減圧下で実行される。

【0042】本発明の実現のこの方式によれば、何等の界面活性剤又は他の親水性でかつ特に安定な安定剤のない疑似ラテックスが得られる。

【0043】本発明に従う組成物中に用いられる疑似ラテックス中に、その化粧品及び機械的性質を改善するように、フィルム形成性ポリマーの重量に対して5〜90重量%、そして好ましくは10〜80重量%の量の可塑剤が導入されることができ、ここで、該剤が、その分配係数に従って、疑似ラテックスの粒子と水性相の間に分配されている。

【0044】親水性又は疎水性タイプであり得る可塑剤は、好ましくは疑似ラテックスの調製中に有機溶媒との混合物中に導入され、そして主に可塑剤が疎水性タイプであるときに上記のように導入される。

【0045】可塑剤が親水性タイプであるとき、それは、疑似ラテックスが形成された後に水性相中に導入され得る。

【0046】本発明の方法に従う組成物中に用いられ得る可塑剤の内に、ユニオンカーバイド社(Union Carbide)の「カルビトール類」、言い換えれば「カルビトール」即ちジエチレングリコールエチルエーテル、「メチルカルビトール」即ちジエチレングリコールメチルエーテル、「プチルカルビトール」即ちジエチレングリコールブチルエーテル、又は「ヘキシルカルビトール」即ちジエチレングリコールヘキシルエーテル、ユニオンカーバイド社の「セロソルブ類」、言い換えれば「セロソルブ」即ちエチレングリコールエチルエーテル、「プチルセロソルブ」即ちエチレングリコールブチルエーテル、「ヘキシルセロソルブ」即ちエチレングリコールヘキシルエーテル、プロピレングリコール誘導体そしてとりわけプロピレングリコールフェニルエーテル、プロピレングリコールジアセテート、ジプロピレングリコールブチルエーテル、トリプロピレングリコールブチルエーテル、並びにダウケミカル社(Dow Chemical)の「ダウアノールズ(Dowanols)」、言い換えれば「ダウアノールPM」即ちプロピレングリコールメチルエーテル、「ダウアノールDPM」即ちジプロピレングリコールメチルエーテル及び「ダウアノールTPM」即ちトリプロピレングリコールメチルエーテルが挙げられ得る。

【0047】また、ダウケミカル社の「ダウアノールDM」のジエチレングリコールメチルエーテル、40モルのエチレンオキシドでオキシエチレン化されたヒマシ油例えば商標「マルゴフェン(Mulgofen) EL-719」のもとにローヌポラン社(Rhone Poulenc)により販売されているもの、ベンジルアルコール、商標「シトロフレックス(Citroflex) - 2」のもとでファイザー社(Pfizer)により販売されているクエン酸トリエチル、1, 3-ブチレングリコール、フタル酸及びアジピン酸のジエ

チル、ジブチル及びジイソプロピルエステル、酒石酸ジエチル及びジブチル、ジエチル、ジブチル及び2-ジエチルヘキシルホスフェート、及びグリセロールジアセテート(ジアセチン)及びグリセロールトリアセテート(トリアセチン)のようなグリセロールエステルが、挙げられ得る。

【0048】ジプロピレングリコールメチルエーテル、トリプロピレングリコールメチルエーテル、アジピン酸ジエチル、アジピン酸ジイソプロピル及びグリセロールトリアセテートより成る群から選ばれた可塑剤が好ましく用いられる。

【0049】本発明に従うマスカラ組成物中に用いられるワックスは、動物、植物、鉱物又は合成ワックスの固形及び硬いワックス及びそれらの混合物から選ばれる。

【0050】針入法により測定されたこれらのワックスの硬度は、通常3〜40である。

【0051】フランス国及びアメリカ合衆国の標準であるNFT004及びASTM D5中に述べられたこの方法は、25℃の温度で、5秒間ワックス上に置かれた標準化された針[重量2.5グラムであり、重量47.5グラムの穿孔錐接統口(port-aiguille)中に据えられ、即ち全体で50グラムである]の、10分の1ミリメートルで表わされた侵入深さを測定することより成る。

【0052】動物ワックスの内、蜜蝋、ラノリンワックス及びかいこワックスが挙げられ得る。

【0053】植物ワックスの内、米ワックス、カルナウバワックス、カンデリラワックス、オーリキュリー(ouricurry)ワックス、コルクファイバーワックス、さとうきびワックス、木ろう及びスマック(sumac)ワックスが、主に挙げられ得る。

【0054】鉱物ワックスの内、モンタンワックス、微結晶ワックス、パラフィン及びオゾケライトが、主に挙げられ得る。

【0055】合成ワックスの内、ポリエチレンワックス、フィシャー・トロプシュ合成により得られるワックス及びワックスコポリマー並びにこれらのエステルが挙げられ得る。

【0056】また、直鎖又は分岐した炭素数8〜32個の脂肪族鎖を持つ動物又は植物油の接触水素化により得られたワックスが、本発明に従う組成物中に用いられ得る。これらの内、水素化ホホバ油、水素化ひまわり油、水素化ひまし油、水素化コブラ油及び水素化ラノリン油が、主に挙げられ得る。

【0057】そして25℃で10分間、四つの可動ペンダントによるコントラバース(Contravers)TVにおいて測定された偏差の単位で表現される、本発明に従うマスカラ組成物の粘度は、通常21〜85の偏差単位、そして好ましくは25〜64の偏差単位である。

【0058】加えて、本発明に従うマスカラ組成物は、

顔料を含むことができる。

【0059】これらの顔料は有機又は鉱物の、あるいはまた真珠顔料であることができる。そのような顔料は公知であり、そして特にフランス国特許第83.09997(2,528,699)号公報に開示されている。

【0060】本発明によれば、マスカラ組成物中の顔料の割合は着色後に要求される色彩及び強さに従って、組成物の全重量に対して通常3~25重量%である。

【0061】本発明によれば、マスカラ組成物は異なった形態で提供され得る。それらは、とりわけ、水中油型又は油中水型乳化物形態又は分散形態で提供され得る。

【0062】本発明によれば、マスカラ組成物の好ましく達成された形態に従って、それらは、組成物の全重量に対して2~30重量%の少なくとも一つの陰イオン性又は非イオン性の界面活性剤を含む乳化物形態で提供される。

【0063】単独で又は混合物で用いられ得る陰イオン性界面活性剤の内、次に掲げる化合物のアルカリ塩、アンモニウム塩、アミン塩又はアミノ-アルコール塩が、主に挙げられ得る。即ち、アルキル硫酸塩、アルキルエーテル硫酸塩、アルキルアミド硫酸塩、エーテル硫酸塩、アルキルアリアルポリエーテル硫酸塩及びモノグリセリド硫酸塩、アルキルスルホン酸塩、アルキルアミドスルホン酸塩、アルキルアリアルスルホン酸塩、 $\alpha$ -オレフィンスルホン酸塩及びパラフィンスルホン酸塩、アルキルスルホスクシネート、アルキルエーテルスルホスクシネート及びアルキルアミドスルホスクシネート、アルキルスルホスクシナメート、アルキルスルホアセテート及びアルキルポリグリセロールカルボキシレート、アルキルホスフェート/アルキルエーテルホスフェート、アルキルサルコシネート、アルキルポリペプチデート、アルキルアミドポリペプチデート、アルキルイセチオネート及びアルキルタウレートである。

【0064】上で使用した術語アルキルは、通常12~18個の炭素原子を持つ炭化水素鎖を意味する。

【0065】本発明に従う組成物中に有用な陰イオン性界面活性剤として、脂肪酸塩例えばオレイン酸、リシノール酸、パルミチン酸及びステアリン酸、コブラ油又は水素化コブラ油酸の塩、及びとりわけアミン塩例えばステアリン酸アミンが、また挙げられ得る。

【0066】陰イオン性界面活性剤として、8~20個の炭素原子を含むアシル残基を持つアシルラクチレート、及び下記式を持つポリグリコール系エーテルカルボン酸、及び該酸の塩が、また挙げられ得る

【0067】

【化1】

$R_4 - (OCH_2 - CH_2)_n - OCH_2 - COOH$   
(ここで、 $R_4$ は12~18個の炭素原子を持つ直鎖アルキルを示し、そしてnは5~15の間の整数である)。陰イオン性界面活性剤として、ステアリン酸アミ

ンが好ましく用いられる。

【0068】本発明に従うマスカラ組成物中に、単独で又は混合物で使用され得る非イオン性界面活性剤の内、アルコール、アルキルフェノール、8~18個の炭素原子を持つ脂肪鎖を持つポリエトキシル、ポリプロポキシル又はポリグリセロール脂肪酸が、主に挙げられ得る。

【0069】エチレン及びプロピレンオキシドのコポリマー、エチレン及びプロピレンオキシドの縮合物、脂肪族アルコールへのエチレン及びプロピレンオキシドの縮合物、ポリエトキシル脂肪族アミド、ポリエトキシル脂肪族アミン、グリコールのエタノールアミド脂肪酸エステル、オキシエチレン又はオキシエチレンのないソルビタンの脂肪酸エステル、しょ糖の脂肪酸エステル、ポリエチレングリコールの脂肪酸エステル、リン酸トリエステル及びぶどう糖の脂肪酸エステル誘導体が、また挙げられ得る。

【0070】モノアルコール、 $\alpha$ -ジオール、アルキルフェノール、アミド又はジグリコールアミドとグリシドール又は下記式を持つフランス国特許第71.17206(2,091,516)号公報中に述べられたようなグリシドール前駆体との縮合生成物が、また挙げられ得る

【0071】

【化2】 $R_5 - CHO - CH_2 - O - (CH_2 - CHO - CH_2 - O)_p - H$

(ここで、 $R_5$ は、好ましくは7~21個の炭素原子脂肪族鎖を持つ脂肪族、脂環族又はアリアル脂肪族残基を示し、ここで脂肪族鎖は、エーテル、チオエーテル又はヒドロキシメチレン基を生成し得る、そしてpは、1~10の間の整数である)。

【0072】更に、下記式を持つフランス国特許第1,477,048号公報に述べられた化合物が、また挙げられ得る

【0073】

【化3】

$R_6 - O - [C_2H_5O - (CH_2OH)]_q - H$

(ここで、 $R_6$ はアルキル、アルケニル又はアルキルアリアル残基を示し、そしてqは1~10の間の統計的値を持つ)。

【0074】下記式を持つフランス国特許第76.31975(2,328,763)号公報に述べられた化合物が、また挙げられ得る

【0075】

【化4】 $R_7 - CONH - CH_2 - CH_2 - O - CH_2 - CH_2 - O - (CH_2 - CHOH - CH_2 - O)_r - H$

(ここで、 $R_7$ は、直鎖又は分岐した、飽和又は不飽和の、任意的に一又はいくつかのヒドロキシル基を含む脂肪族基であって、ここで該脂肪族基は、天然又は合成起源の8~30個の炭素原子を持ち、そしてrは、1~5

の間の整数又は全数であり、かつ平均縮合度を示す)。

【0076】好ましくは、非イオン性界面活性剤として、油及び／又は脂肪族アルコール、又はポリエトキシ若しくはポリグリセロールアルコール例えばポリエトキシステアシルアルコール若しくはセチルステアシルアルコールの混合物が使用される。本発明に従うマスカラ組成物は、軟化剤、防腐剤、金属イオン封鎖剤、香料、増粘剤、油、シリコン、凝集剤、アルカリ化又は酸性化剤、水溶性ポリマー及び装入物から選ばれた少なくとも一つの慣用の添加剤を、また含むことができる。

【0077】本発明に従うマスカラ組成物中に有用な増粘剤は、天然又は合成起源のものであり得る。

【0078】天然起源の増粘剤の中で、種々のガム例えばアラビア、グアー及びイナゴマメガムが、主として挙げられ得る。

【0079】合成起源の増粘剤の中で、水溶性セルロース誘導体、第四級アンモニウム基持つセルロースエーテル誘導体、でんぷん誘導体、陽イオン性多糖類、アクリル系又はメタクリル系ポリマー塩、ポリエン及びポリシロキサンが、主として挙げられ得る。

【0080】好ましい実現された態様に従って、使用される合成起源の増粘剤は、メチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、カルボキシメチルセルロース及びそれらの混合物から選ばれた水溶性セルロース系誘導体である。

【0081】ポリエチレングリコール及びポリエチレングリコールステアレート及び／又はジステアレート又はリン酸エステルと脂肪族アミドの混合物を本発明に従うマスカラ組成物に添加することによる該組成物のための増粘剤が、また挙げられ得る。

【0082】本発明に従うマスカラ組成物中に用いられ得る水溶性ポリマーの中で、動物又は植物起源の蛋白質誘導体、及び更に詳細にはケラチン誘導体例えばケラチン水解物及びスルホニックケラチン、ポリビニルピロリドン、ビニルコポリマー例えばメチルビニルエーテルとマレイン酸無水物とのコポリマー又は酢酸ビニルとクロトン酸とのコポリマー、グリコアミノグリカン、ヒアルロン酸及びその誘導体、及びデオキシリボ核酸及びその塩が、主に挙げられ得る。

【0083】本発明に従うマスカラ組成物中に用いられ得る装入物の中で、フランス国特許第91、10791(2,680,681)号公報中に述べられたものが、主に挙げられ得る。

【0084】次の記載は、疑似ラテックスのいくつかの調製実施例、並びに本発明に従うマスカラの実施例の説明である。

【0085】

【実施例】

疑似ラテックスの調製実施例

【0086】

【実施例1】

その酸指数に従い、30%に中和されたセルロースアセトブチレートスクシネートポリマー(イーストマン(Eastman)の「CAB SU 160」)の疑似ラテックスの調製

30グラムの「CAB SU 160」ポリマー(スクシネート残基含有量:9重量%、酸指数:60)が、154.2グラムのアセトン、0.858グラムの2-アミノ-2-メチル-1-プロパノール(酸指数に従い30%の中和に相当する量)及び15グラムのアジピン酸ジエチルの均一溶液に攪拌下に徐々に添加される。

【0087】30分間環境温度で攪拌後、ポリマー溶液が完成する。

【0088】このように得られた有機相に、2500rpmでモリッツタイプの剪断攪拌機を用いて、攪拌下に約15分間で、乳化物を製造するために、154グラムのイオン交換水により構成される水性相が添加される。

【0089】水性相の添加終了後、環境温度で、攪拌が3000rpmで10~15分間続けられ、そしてそれは半透明でかつ安定な乳化物の入手をもたらす。

【0090】次に、この方法は、45℃より低い温度で減圧下、ロータリーエバポレーターを用いる濃縮を含む。

【0091】アセトンの完全な除去後、安定な懸濁物が、分散物の全重量に対して17重量%のポリマー濃度で得られる。

【0092】粒子径は、コールター(Coulter)モデルN4を用いて準弾性光散乱において測定され、そして次ぎの結果を得た。

【0093】平均粒子径:101nm

多分散因子:0.13

【0094】

【実施例2】

界面活性剤により安定化されたエチルセルロースポリマー(ダウケミカル「エトセル10」)の疑似ラテックスの調製

40グラムの「エトセル10」ポリマーが、759グラムの1,2-ジクロロエタン及び1グラムのセチルアルコールの均一溶液に徐々に添加される。成分のこの組合せは、ポリマーの溶解を完結するまで、即ち約30分間、環境温度で、3000rpmでモリッツタイプの剪断攪拌機を用いて、攪拌される。

【0095】このように得られた有機相に、攪拌下に約30分間で、759グラムのイオン交換水及び1グラムのラウリル硫酸ナトリウムにより構成される水性相が乳化物を得るために添加される。

【0096】水性相の添加終了後、環境温度で、攪拌が約30分間続けられ、そしてそれは比較的あい乳化物の入手をもたらす。乳化物の均質化は、ソアビブ・アンド・フィグリ(Soavib & Figli)タイプ、モデル OBL

No. 2032の高圧ホモジナイザーを用いて、 $75 \times 10^6$  Paの圧力下で行われる。三度の通過の後、微細でかつ均質な乳化物が得られる。

【0097】次に、濃縮物が、 $50^\circ\text{C}$ 以下の温度で減圧下で、ロータリーエバポレーターを用いて得られる。1, 2-ジクロロエタンの完全な除去後、懸濁物の全重量に対して20重量%のポリマー濃度の安定な懸濁物が得られる。

【0098】粒子径は、コールター モデル N4を用いて準弾性光散乱において測定され、そして次ぎの結果を得た。

【0099】平均粒子径：135 nm

多分散因子：0.09

上記で得たエチルセルロース疑似ラテックスの可塑化が、また達成され得る。上記で得た懸濁物の200グラムに、磁気の軽い攪拌下、20グラムのアジピン酸ジエチルが、徐々に添加される。安定、微細、均質かつ僅かに粘性の懸濁物が得られる。

【0100】

【実施例3】

可塑化及び界面活性剤により安定化されたセルロースアセテート（イーストマンの「AC 398-10」）の疑似ラテックスの調製

150グラムのセルロースアセテート「AC 398-10」が、669グラムの酢酸エチル、1561グラムのメチルエチルケトン及び120グラムのグリセロールトリアセテートの均一溶液中に攪拌下に徐々に処理される。

【0101】上記混合物は、ポリマーの溶解を完結するまで、即ち約30分間、環境温度で、モリッツタイプの\*30

\*攪拌機を用いて3000 rpmで攪拌される。

【0102】このようにして得られた有機相に、2903グラムのイオン交換水中に溶解された7.5グラムのラウリル硫酸ナトリウムから構成される水性相が乳化物を製造するために、約30分間で添加される。

【0103】水性相の添加終了後、環境温度で、3000 rpmで約30分間攪拌が続けられ、そしてそれはあらい乳化物を製造する。

【0104】乳化物の均質化は、実施例2で述べたと同じ手法に従って実行される。

【0105】次いで、溶液は、 $45^\circ\text{C}$ より低い温度で減圧下に、ロータリーエバポレーターを用いて濃縮される。このように、疑似ラテックスの全重量に対して乾燥抽出物の濃度が14.2重量%、そして水不溶性セルロースから誘導されたポリマーの濃度が10.2重量%である、可塑化された安定なかつ均質な疑似ラテックスが得られる。

【0106】粒子径は、コールター モデル N4を用いて準弾性光散乱において測定され、そして次ぎの結果を得た。

【0107】平均粒子径：138 nm

多分散因子：0.10

マスカラの実施例

【0108】

【実施例3】

マスカラクリーム

次のマスカラ組成物が調製された。

【0109】

【表1】

#### A部

トリエタノールアミンステアレート	11.5グラム
蜜蝋	7.0グラム
カルナバワックス	4.1グラム
パラフィン	11.4グラム

#### B部

鉄黒	5.5グラム
----	--------

#### C部

アラビアガム	4.5グラム
ヒドロキシエチルセルロース（アメルコール(Amerchol)により商標「セロサイズ(Cellosize) QP」として販売されている）	0.16グラム

#### D部

実施例1の疑似ラテックス	8.8グラム
防腐剤	十分な量
水	100グラムのために十分な量

このマスカラは、A部の成分を $85^\circ\text{C}$ にし、そして該成分にB部が添加され、そして混合物がタービン攪拌機を用いて攪拌されて得られる。

【0110】次に調製の水が沸騰され、次いで、防腐剤が添加され、そして $85^\circ\text{C}$ でC部の成分が添加される。

【0111】タービン攪拌機を使用して攪拌下で、A部



(80℃)と共に、得られた水性相(85℃)が添加され(30℃で乳化)、そしてD部の疑似ラテックスが最後に添加され、そして攪拌翼を用いて攪拌される。

【0112】このようにして得られたマスカラがまつげの上へ施与されることにより使用されるとき、まつげはより長く見え、そしてはっきりとした湾曲を示す。その上、元通りにすることは、水で容易に達成され得る。 \*

\*【0113】

【実施例4】

マスカラ

実施例1で記述したと同じ操作方法に従って、次の組成を持つマスカラが調製される。

【0114】

【表2】

#### A部

トリエタノールアミンステアレート	11.5グラム
蜜蝋	7.0グラム
カルナバワックス	4.1グラム
パラフィン	11.4グラム

#### B部

鉄黒	5.0グラム
----	--------

#### C部

アラビアガム	4.5グラム
ヒドロキシエチルセルロース(アメルコールにより商標「セロサイズQP」として商品化されている)	0.16グラム
ケラチン水解物(クロダ(Croda)により商標「ケラゾール(Kerasol)」として商品化されている)	2.0グラム

#### D部

実施例3の疑似ラテックス	14.1グラム
防腐剤	十分な量
水	100グラムのために十分な量

【0115】

カラが調製される。

【実施例5】

【0116】

マスカラ

【表3】

実施例1と同じ操作方法に従って、次の組成を持つマス 30

#### A部

グリセリルステアレート(ガッテフォセ(Gattefosse)により商標「ゲレオール(Geleol)」として商品化されている)	3.0グラム
トリエタノールアミンステアレート	8.0グラム
蜜蝋	7.0グラム
カルナバワックス	2.0グラム
パラフィン	10.0グラム
カンデリラワックス	4.0グラム

#### B部

鉄黒	2.5グラム
----	--------

#### C部

アラビアガム	4.5グラム
ヒドロキシエチルセルロース(アメルコールにより商標「セロサイズQP」として商品化されている)	0.2グラム

#### D部

実施例2の疑似ラテックス	12.5グラム
防腐剤	十分な量
水	100グラムのために十分な量

【0117】

【発明の効果】本発明は、まつげの伸びと曲げを十分に増加し、かつ水で除去し得ると同時に優れた化粧品品質

を持つ、少なくとも一のワックスと、特にセルロースから誘導されたポリマー粒子を含む疑似ラテックスの混合物を含むマスカラ組成物を提供する。

【手続補正書】

【提出日】平成7年4月17日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】発明の名称

【補正方法】変更

【補正内容】

【発明の名称】 少なくとも一つのワックスとセルロース誘導体の疑似ラテックスを含むマスカラの形のメーキャップ用化粧品組成物

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0001

【補正方法】変更

【補正内容】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、メーキャップ用、主にまつげ用の化粧品組成物に関し、そして少なくとも一つのワックスとセルロース誘導体の疑似ラテックスを組合わせて含むマスカラ組成物が示されている。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0016

【補正方法】変更

【補正内容】

【0016】上記で定義したような水不溶性の、セルロースから誘導されたフィルム形成性ポリマーは、例えば立体排除クロマトグラフィーにより測定して、好ましくは2,000~700,000、そしてとりわけ5,000~500,000の平均分子量を持っている。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0028

【補正方法】変更

【補正内容】

【0028】水に不溶の、セルロースから誘導されたフィルム形成性ポリマーが、カルボン酸官能性を持つ陰イオン性セルロースエステルであるとき、それは次に掲げるもの、即ちセルロースアセトフタレート、セルロースアセテートスクシネート、セルロースプロピオネートスクシネート、セルロースブチレートスクシネート、セルロースアセトプロピオネートスクシネート、セルロースアセトブチレートスクシネート、セルロースアセートトリメリテート、セルロースブチレートトリメリテート、セルロースプロピオネートトリメリテート、セルロ

ースアセトプロピオネートトリメリテート及びセルロースアセトブチレートトリメリテート中から選ばれる。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0031

【補正方法】変更

【補正内容】

【0031】ポリマーの部分的中和により、親水性安定化剤又は界面活性剤、又はコロイド保護ポリマーの不存在下で特に安定な疑似ラテックスを得ることができることが確認された。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0051

【補正方法】変更

【補正内容】

【0051】夫々フランス国及びアメリカ合衆国の標準であるNFT004及びASTMD5中に述べられたこの方法は、25℃の温度で、5秒間ワックス上に置かれた標準化された針[重量2.5グラムであり、重量47.5グラムの針支持具(porte-aiguille)中に据えられ、即ち全体で50グラムである]の、10分の1ミリメートルで表わされた侵入深さを測定することより成る。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0057

【補正方法】変更

【補正内容】

【0057】そして25℃で10分間、No. 4ツールによるコントラバス(Contraves)TVにおいて測定された偏差の単位で表現される、本発明に従うマスカラ組成物の粘度は、通常21~85の偏差単位、そして好ましくは25~64の偏差単位である。

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0068

【補正方法】変更

【補正内容】

【0068】本発明に従うマスカラ組成物中に、単独で又は混合物で使用され得る非イオン性界面活性剤の内、アルコール、アルキルフェノール、及び8~18個の炭素原子を持つ脂肪鎖を持つポリエトキシ化、ポリプロポキシ化又はポリグリセロール化脂肪酸が、主に

挙げられ得る。

【手続補正9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0069

【補正方法】変更

【補正内容】

【0069】エチレン及びプロピレンオキシドのコポリマー、脂肪族アルコールへのエチレン及びプロピレンオキシドの縮合物、ポリエトキシ化脂肪族アミド、ポリエトキシ化脂肪族アミン、グリコールのエタノールアミド脂肪酸エステル、オキシエチレン化又はオキシエチレン化されていないソルビタンの脂肪酸エステル、ショ糖の脂肪酸エステル、ポリエチレングリコールの脂肪酸エステル、リン酸トリエステル及びぶどう糖の脂肪酸エステル誘導体が、また挙げられ得る。

【手続補正10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0076

【補正方法】変更

【補正内容】

【0076】好ましくは、非イオン性界面活性剤として、油及び／又は脂肪族アルコール、又はポリエトキシ化若しくはポリグリセロール化アルコール例えばポリエトキシ化ステアシルアルコール若しくはポリエトキシ化セチルスステアシルアルコールの混合物が使用される。

【手続補正11】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0081

【補正方法】変更

【補正内容】

【0081】ポリエチレングリコール及びポリエチレングリコールステアレート及び／又はジステアレートの混合物又はリン酸エステルと脂肪族アミドの混合物が、本発明に従うマスカラ組成物のための増粘剤として、また挙げられ得る。

【手続補正12】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0092

【補正方法】変更

【補正内容】

【0092】粒子径は、コールター (Coulter) モデル M4を用いて準弾性光散乱において測定され、そして次の結果を得た。

【手続補正13】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0098

【補正方法】変更

【補正内容】

【0098】粒子径は、コールター モデル M4を用

いて準弾性光散乱において測定され、そして次の結果を得た。

【手続補正14】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0105

【補正方法】変更

【補正内容】

【0105】次いで、溶液は、45℃より低い温度で減圧下に、ロータリーエバポレーターを用いて濃縮される。このように、疑似ラテックスの全重量に対して乾燥抽出物の濃度が14.2重量%、そして水不溶な、セルロースから誘導されたポリマーの濃度が10.2重量%である、可塑化された安定なかつ均質な疑似ラテックスが得られる。

【手続補正15】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0106

【補正方法】変更

【補正内容】

【0106】粒子径は、コールター モデル M4を用いて準弾性光散乱において測定され、そして次の結果を得た。

【手続補正16】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0108

【補正方法】変更

【補正内容】

【0108】

【実施例4】

マスカラクリーム

次のマスカラ組成物が調製された。

【手続補正17】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0113

【補正方法】変更

【補正内容】

【0113】

【実施例5】

マスカラ

実施例4で記述したと同じ操作方法に従って、次の組成を持つマスカラが調製される。

【手続補正18】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0115

【補正方法】変更

【補正内容】

【0115】

【実施例6】

マスカラ

実施例4と同じ操作方法に従って、次の組成を持つマス

カラが調製される。

---

フロントページの続き

(72)発明者 ビィオ ベルトランド  
フランス国, 92250 ラ ガレーヌ - コロ  
ンブス, ル デ トランスパール 13

(72)発明者 ジュニノ アレックス  
フランス国, 93190 リブリィ - ガーガン,  
アベニュー ボバン 162  
(72)発明者 バトラウド ジャンヌ  
フランス国, 75013 パリ, プルパール  
マセナ 146